

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Roland GERBER

Ingénieur I. N. S. A.

PREMIÈRE THÈSE

Réalisation de films minces par vaporisations simultanées de deux substances

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 2 Avril 1965, devant la Commission d'Examen.

MM. R. BERNARD

Président

R. ARNAL . . }
E. PERNOUX }

Examineurs

LYON

Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1965

Année 1965

N° d'ordre : 191

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

PAR

Roland GERBER

Ingénieur I. N. S. A.

PREMIÈRE THÈSE

Réalisation de films minces par vaporisations simultanées de deux substances

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 2 Avril 1965, devant la Commission d'Examen.

MM. R. BERNARD

Président

R. ARNAL .. }

E. PERNOUX }

Examineurs



LYON

Imprimerie BOSC Frères
42, quai Gailleton, 42

1965

FACULTE DES SCIENCES

-0-0-0-0-0

Doyens honoraires

MM. LONGCHAMBON, MOUSSA, GAUTHIER Henri.

Professeurs honoraires

MM. LOCQUIN, de LARAMBERGUE, SOLLAUD, MENTZER, MOUSSA, JAFFARD, EYRAUD Henri,
DEJARDIN, VIRET.

Doyen

M. BRACONNIER

Assesseurs

MM. MESNARD
BOLDIN

Professeurs

MM. LONGCHAMBON	Minéralogie
PRETTE	Chimie Industrielle
COURTY	Chimie - Physique
KUHNER	Botanique
MALECOT	Mécanique rationnelle et appliquée
PARIS	Chimie minérale
AUMERAS	Chimie générale II
COLONGE	Chimie Organique
JANIN	Physique générale
FLANDRIN	Géologie appliquée
BERNARD	Physique industrielle
DUFAY	Astronomie
NIGON	Zoologie expérimentale
GAUTHIER Henri	Géologie générale
WAUTIER	Zoologie
CHOPIN	Chimie biologique
CUEILLERON	Chimie
BRACONNIER	Calcul différentiel et intégral
EYRAUD Charles	Chimie-Physique appliquée
SARAZIN	Physique nucléaire
BOLDIN	Microbiologie et Mycologie
PERES	Physiologie
MESNARD	Electronique
GRANDMONTAGNE	Physique
BOUTILLIER	Minéralogie

LAFOUCRIERE
DREUX
TEICHNER
PAVANS DE CECCATTY
MERLIN
DUFAY Maurice
LUBET
PHILBERT
COHEN-ADAD
DAVID Louis
CHANEL
MAURY
DEPRAZ
GAUTHIER Jean
GAUME

Physique nucléaire théorique
Chimie organique
Chimie Industrielle
Zoologie
Chimie analytique
Physique de l'Atmosphère
Physiologie
Physique Nucléaire
Chimie
Géologie générale
Psychophysiologie
Méthodes Mathématiques de la Physique
Physique nucléaire
Chimie
Physique expérimentale

Professeurs sans chaire

MM. FERON
LAFORGUE
LEGAY
UZAN
CHENEVOY
GINET
ASCH
MICHEL Pierre
DUCET
Mel. MAITROT
GEVIN
PONASSE
d'INCAN
LEFEVRE
PERNET
CHERY
BERGEON
Melle GAUTHERON

Mathématiques
Physique
Sociologie expérimentale S.P.C.N.
Physique S.P.C.N.
Géologie appliquée
Zoologie
Physique
Minéralogie
Biologie végétale
Physique
Géologie générale
Mathématiques
Physique
Mathématiques
Mathématiques
Physique
Physique C.S.U
Chimie biologique

Maîtres de Conférences

Mme ERICSON
MM. MARTEL
MATHIEU
ERBEIA
DESCOTES
PICARD Philippe
LEMOIGNE
DEMLARCQ
MICHEL Georges
LEBRETON
DAVID JEAN
TOUSSET

Physique générale
Mécanique
Mécanique des Fluides
Physique
Chimie organique
Mathématiques
Botanique
Géologie générale
Biochimie
Biologie végétale
Biologie animale
Chimie propédeutique

FEUVRAIS
PICARD Claude
SCHMITT
LAURENT
ROT
BETHOUX
Mle. CALAIS
GUSAKOW
Mle. THOMAS

Physique Electricité
Mathématiques
Physique M.P.C
Chimie organique
Mathématiques
Mathématiques T.M.P
Mathématiques C.S.U
Physique
Chimie Minérale

Maîtres de Conférences adjoint

M. PIERRON

Chimie

Conseiller administratif

M. BURNET

Secrétaire Principal Honoraire

M. ROUX

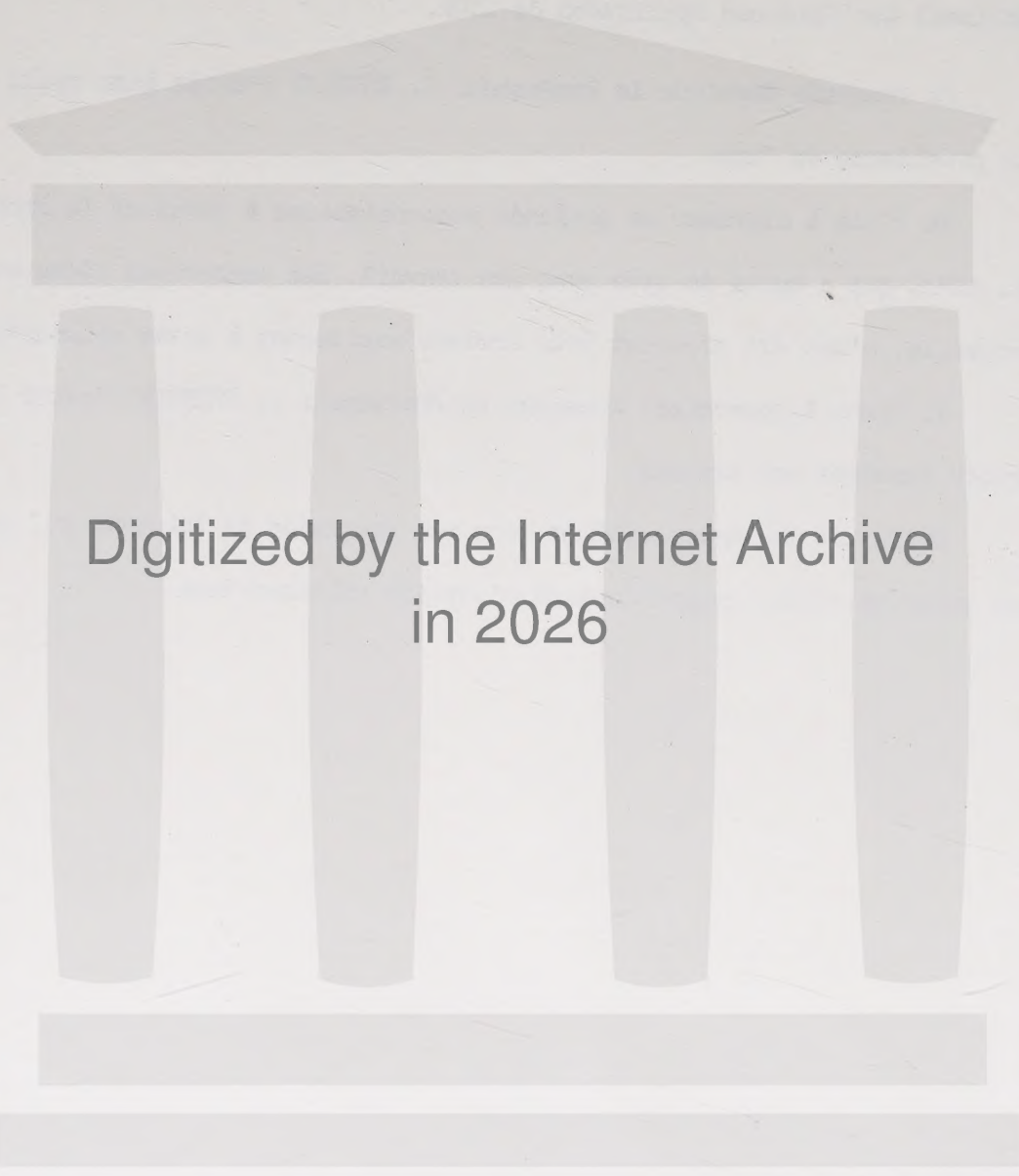
Ce travail a été effectué dans le laboratoire de physique de l'Institut National des Sciences Appliquées de LYON.

Je remercie Monsieur le Professeur R. BERNARD d'avoir bien voulu accepter la présidence du Jury.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur le Professeur R. ARNAL qui a suivi de très près mon travail. Ses nombreuses idées et ses conseils, m'ont été précieux pour arriver rapidement à cette réalisation.

Je tiens à remercier, Monsieur le Professeur E. PERNOUX d'avoir bien voulu examiner mon travail.

Enfin, je ne saurais oublier tous mes camarades de laboratoire, qui ont su créer un climat sympathique et d'étroite collaboration.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41553409_0024

INTRODUCTION

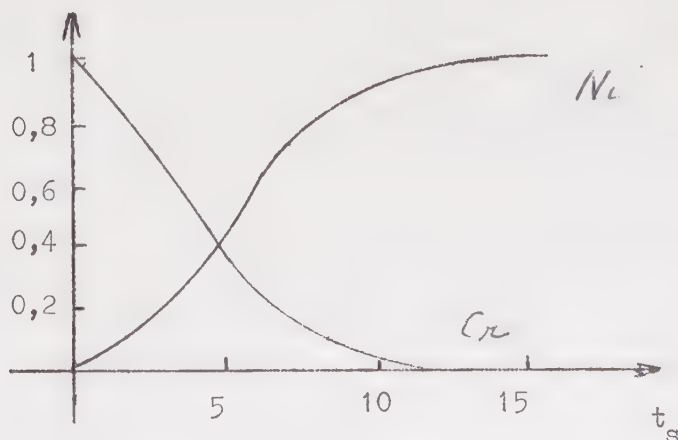
Les premiers travaux sur les couches minces remontent à un siècle environ et étaient surtout basés sur l'étude des propriétés optiques. De nos jours les films minces sont étudiés dans tous les domaines ; optique, thermoélectrique, magnétique, semiconducteur etc... et il est apparu nécessaire de réaliser des couches minces ayant des propriétés bien définies et reproductibles.

Nous nous proposons d'étudier et de réaliser un appareil permettant de fabriquer des couches minces d'un mélange homogène de deux métaux distincts.

Deux métaux ayant des tensions de vapeurs voisines peuvent se vaporiser directement sous forme d'alliage. Ceci est le cas de l'antimoine et du bismuth qui, vaporisés par la même source de chauffage, donnent des échantillons homogènes, de concentration égale à celle de l'alliage de départ.

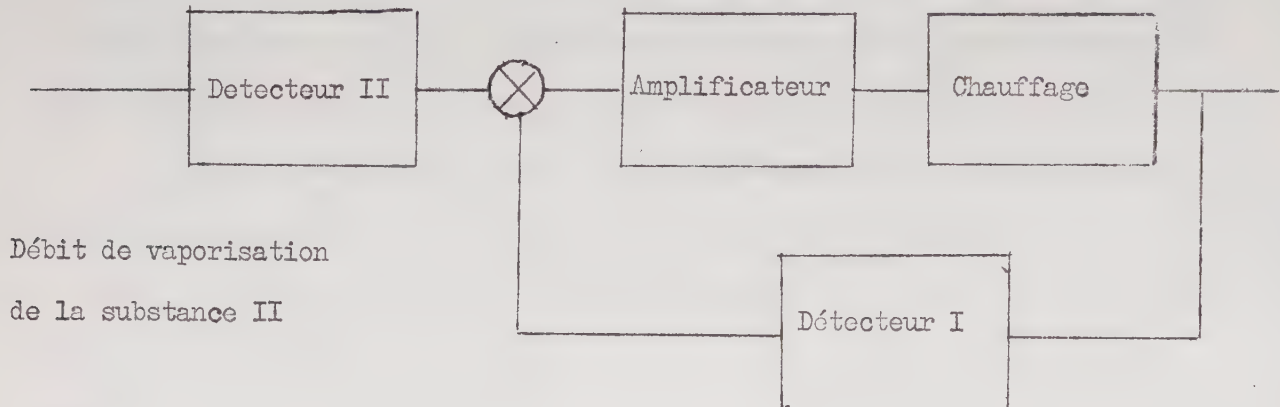
Par contre, la réalisation de couches minces homogènes de deux métaux, ayant des tensions de vapeurs différentes, est beaucoup plus délicate. Par exemple dans le cas du chrome -nickel la vitesse de vaporisation à la température de 1500° , étant de $1,2 \cdot 10^{-2} \text{ g/cm}^2/\text{s}$ pour le chrome et de $1,5 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^2/\text{s}$ pour le nickel, la vaporisation de tels composants à l'aide d'une seule source est impossible car la composition de la couche ne reste pas homogène durant la vaporisation.

Variation de
la composition



Pour toutes ces raisons, nous nous sommes proposés de construire un appareil susceptible de vaporiser deux substances d'une manière contrôlée ; c'est-à-dire d'asservir le débit de vaporisation de l'une, sur le débit de vaporisation de l'autre.

Un tel appareil nécessite une chaîne de servomécanisme du type suivant :



Deux détecteurs contrôlent les vitesses d'évaporation des deux métaux. La comparaison des deux signaux issus des détecteurs fournit le signal d'erreur, qui après amplification va commander le chauffage de l'un des métaux.

Il nous a fallu faire des choix :

- Dans la manière de mesurer le débit de vaporisation
- Dans la manière de chauffer.

Nous étudierons au chapitre I les différents types de détecteurs possibles et au chapitre III nous comparerons le chauffage par effet Joule et le chauffage par haute fréquence.

CHAPITRE I

LE DETECTEUR

De nombreuses méthodes ont été mises au point pour mesurer l'épaisseur des couches minces. Les premiers en date sont basés sur les propriétés optiques : transmission, réflexion, interférométrie. Ces méthodes sont en général très précises, mais ne peuvent pas être employées comme élément détecteur dans une chaîne de servomécanisme. Il existe 3 sortes de détecteurs possibles pour ces dernières applications : détecteur résistif, jauge d'ionisation, quartz piézoélectrique.

I - LE DETECTEUR RESISTIF (fig. 3)

Le métal est évaporé sur un support en verre muni de petits contacts. La résistance des filets de métal déposé est fonction de l'épaisseur de la couche

$$R = \rho \frac{L}{l x}$$

ρ résistivité du métal sous forme de couche mince

L longueur totale des filets

l largeur des filets

x épaisseur déposée

La résistance R est disposée à l'entrée d'un amplificateur à grand gain et il vient si $A \gg \frac{R_f}{R}$

$$\frac{V_o}{V_e} = \frac{R_f}{R} \text{ soit } V_o = V_e \frac{R_f}{\rho \frac{L}{l}} \quad x = k x$$

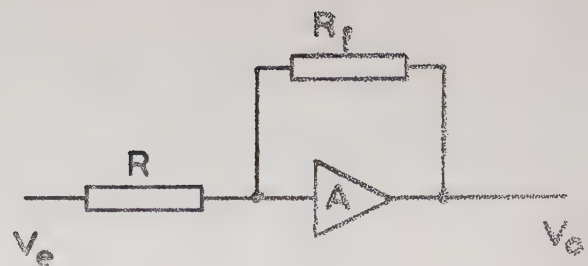
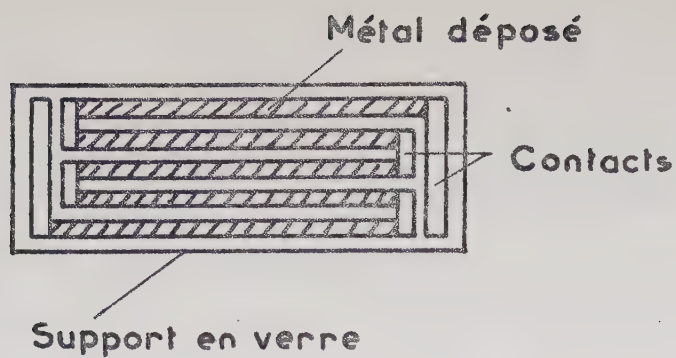


Fig 3 Détecteur résistif

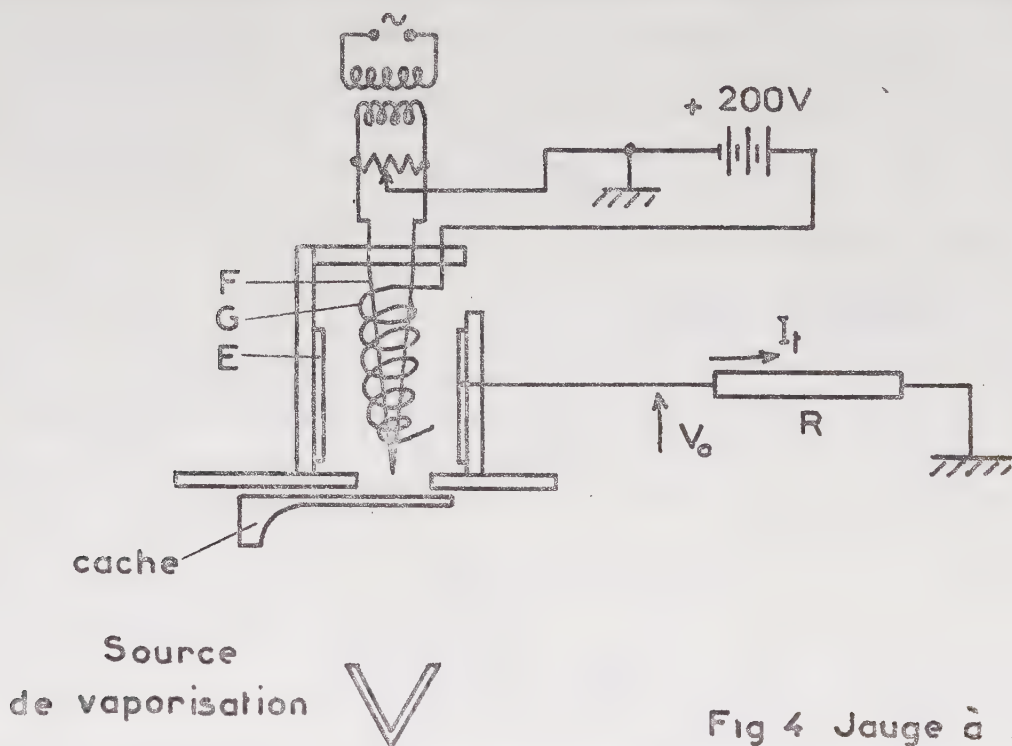
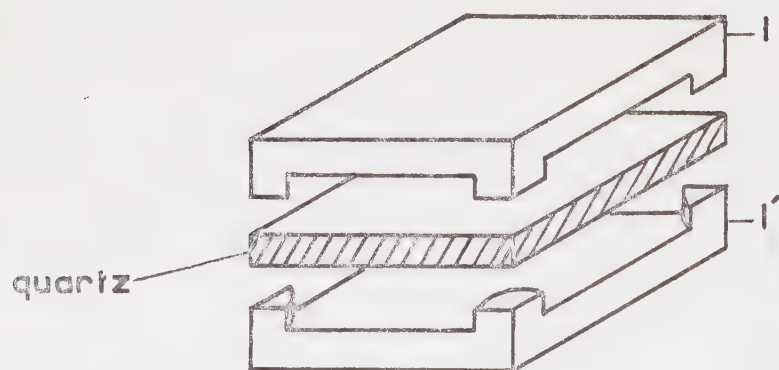


Fig 4 Jauge à ionisation



(b)



(a)

Fig 5 Quartz piézoélectrique

Ce détecteur a été utilisé par TURNER pour contrôler l'épaisseur des couches minces (Bibliographie N° 1).

Malheureusement la résistivité des films minces métalliques est fonction de l'épaisseur et en particulier pour des épaisseurs inférieures à 100 Å - D'autre part la résistance R est fortement fonction de la température.

Après analyse de ces différents paramètres, ce type de détecteur nous paraît peu indiqué.

II - LA JAUGE A IONISATION (fig. 4) (Bibliographie N° 2)

Une jauge à ionisation peut être utilisée pour contrôler la vitesse d'évaporation et se compose d'un filament F, d'une grille G et d'une électrode E. Les électrons émis par le filament F sont accélérés par la grille G (+ 200 V) et ionisent la vapeur du métal vaporisé ainsi que le gaz résiduel.

Le courant résultant dans la résistance R sera fonction à la fois de la densité de vapeur du métal et de la pression résiduelle. Pour séparer ces deux grandeurs, on interpose, entre la source de vaporisation et la jauge, un cache qui vibre à une fréquence basse.

Le courant I_t sera donc un courant continu I_0 (pression résiduelle) superposé d'un courant modulé dont l'amplitude i est fonction de la densité de vapeur.

On montre que i est donné par la relation

$$i = K E n T_0 I \quad (1)$$

K constante

E facteur dépendant de la forme géométrique de l'électrode E munie d'un terme correctif à cause de l'état dynamique du métal vaporisé.

T_0 température ambiante

I courant d'électrons recueillis par G

n nombre d'atomes de métal par unité de volume

L'emploi d'une jauge à ionisation comme élément détecteur dans un servomécanisme soulève quelques problèmes.

a) Il est nécessaire de stabiliser tous les paramètres de la relation (1).

- La température T_0 subit des fluctuations importantes du fait du rayonnement de la source de vaporisation.

- La régulation de I s'effectue en contrôlant le courant de chauffage du filament.

b) Le courant i est courant très faible (10^{-9} A pour une vitesse de vaporisation de $1 \text{ Å}^0/\text{s}$) modulé à 20 c/s. L'amplification d'un tel courant reste délicate et sujette à la dérive.

c) La détermination de l'épaisseur de la couche mince se fait par intégration du courant, cette mesure est très aléatoire à cause du facteur E qui intervient dans la relation (1) et qui est fonction de la vitesse de vaporisation.

En conclusion, nous remarquerons qu'une jauge à ionisation permet d'effectuer une série de manipulation sans nettoyage intermédiaire, et c'est un avantage essentiel par rapport aux autres méthodes. Par contre, la mesure de l'épaisseur est pratiquement impossible et ce type de détecteur sera sujet à la dérive vu le nombre de paramètres. Un tel détecteur a été employé à C.G.E par M. DUFOUR, pour réaliser un appareil analogue. Notre étude a été faite indépendamment d'eux et nous sommes arrivés à la réalisation, à la même date.

III - LE QUARTZ PIEZOELECTRIQUE (Bibliographie N° 3 - 6)

La vaporisation sur un quartz piézoélectrique entraîne une variation de fréquence de dernier tel que :

$$\frac{dF}{F_0} = \frac{\rho e}{\rho_0 Y_0}$$

ρ masse spécifique du métal vaporisé

ρ_0 masse spécifique du quartz

e épaisseur de la couche vaporisée

Y_0 épaisseur du quartz

F_0 fréquence du quartz

dF variation de fréquence

En appelant :

S La surface

M_0 sa masse

m la masse vaporisée par unité de surface la relation s'écrit

$$\frac{dF}{F_0} = \frac{S}{M_0} \rho e = \frac{S}{M_0} m$$

Nous constatons que la variation de fréquence ne dépend pas des propriétés élastiques du quartz, mais uniquement de la surcharge reçue par unité de surface. Cette relation reste valable tant que l'épaisseur de la couche vaporisée reste bien inférieure à l'épaisseur du quartz. Dès que la couche existante devient trop importante la variation de fréquence n'est plus fonction linéaire de la masse déposée et un nettoyage du quartz s'impose.

Nous remarquerons également que le détecteur sera d'autant plus sensible que la fréquence nominale F_0 est élevée. Malheureusement, l'utilisation de quartz à fréquence élevée se heurte aux difficultés suivantes :

- Un quartz de masse élevée et par suite de basse fréquence permet d'y déposer une masse plus forte avant apparition de la zone de non-linéarité.

- un quartz à fréquence élevée est très sensible aux variations de température.

IV - CONCLUSION

Suite à cette étude des différents détecteurs possibles, nous avons retenu le quartz piézoélectrique. Sa simplicité de montage, la nécessité de ne stabiliser aucun paramètre annexe, sa bonne linéarité, la possibilité de mesurer directement l'épaisseur de la couche mince, ont orienté notre choix vers ce type de détecteur, malgré l'inconvénient de la nettoyer périodiquement.

Nous avons adopté un quartz de fréquence $F = 5$ MHz qui représente un compromis entre les conditions ci-dessus. Ce quartz effectue des vibrations de cisaillement en épaisseur (schéma 4 a) et est monté entre deux lamelles métalliques 1 et 1' (schéma 4 b). La lamelle 1 est percée d'un trou circulaire qui définit la surface de la couche vaporisée. Pour diminuer l'effet de température dû aux rayonnements des sources de vaporisation, les quartz sont montés dans une enceinte fermée

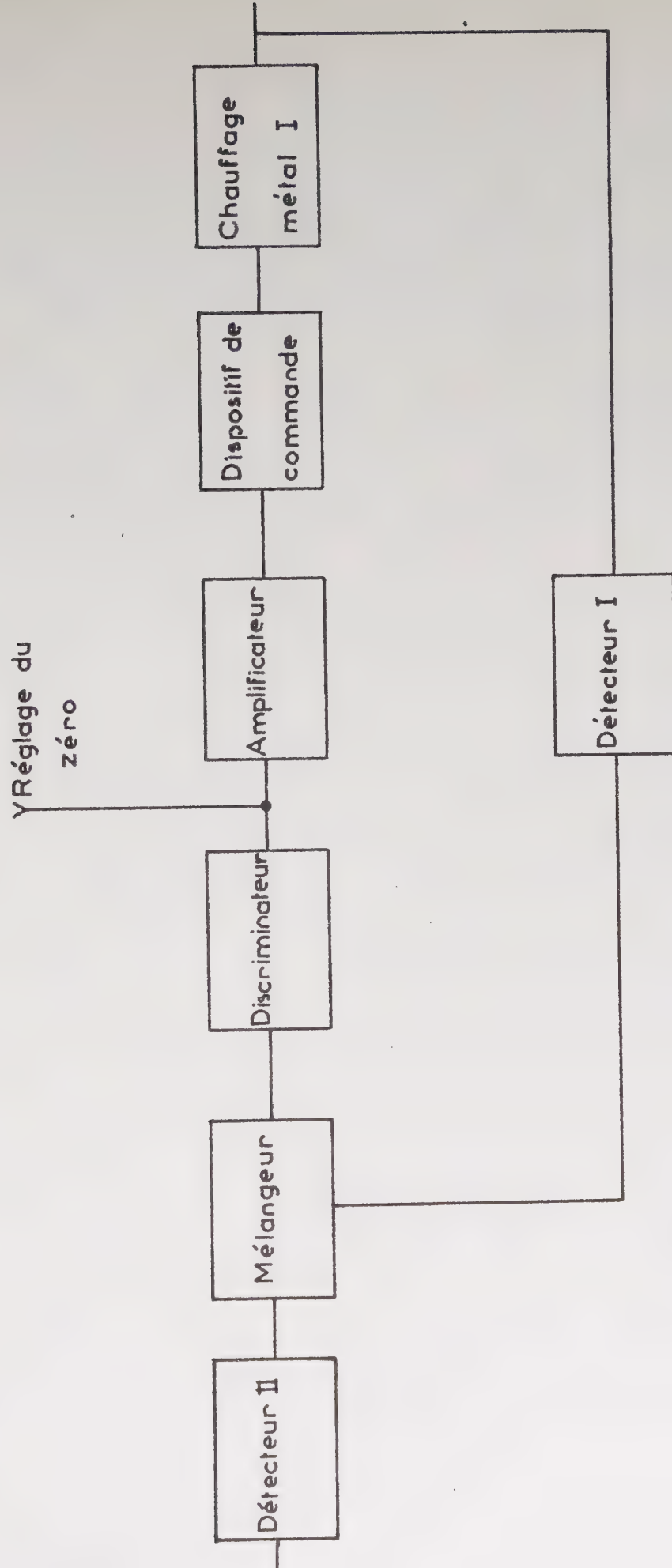


Fig. 2 Synoptique de l'appareil

C H A P I T R E I I

T R A N S D U C T E U R - M E L A N G E U R - D I S C R I M I N A T E U R

Le choix d'un quartz pour mesurer le débit de vaporisation nous impose le diagramme fonctionnel de la figure 2. Nous allons étudier dans ce chapitre les différents éléments qui permettent l'élaboration du signal d'erreur à partir des signaux d'information fournis par les deux quartz.

I - LES TRANSDUCTEURS OU OSCILLATEURS A QUARTZ.

Leur rôle est de relier linéairement l'épaisseur de la couche déposée à une grandeur électrique. Nous sommes appelés à concevoir des oscillateurs à quartz ayant une bande de fréquence relativement large. Les oscillateurs classiques présentent ces caractéristiques à condition de fixer le gain à une valeur supérieure à 1. Malheureusement de tels oscillateurs sont très instables en fréquence et ont tendance à osciller sur une fréquence différente de celle du quartz.

Nous utilisons la propriété particulière d'un émetteur suiveur pour réaliser un oscillateur à quartz. En effet, on montre qu'un émetteur suiveur présente une impédance d'entrée négative entre deux fréquences F_1 et F_2 (Bb N° 10). Si l'on connecte un quartz à l'entrée d'un tel montage l'ensemble va osciller sur une fréquence fonction de celle du quartz et de la capacité d'entrée de l'émetteur suiveur. Nous avons choisi un transistor 2N 1305 avec lequel nous obtenons des fréquences F_1 et F_2 de part et d'autre de 5 MHz.

La fréquence d'oscillation est également fonction de la liaison quartz oscillateur. Pour réduire cette liaison nous plaçons l'ensemble de l'oscillateur sous la

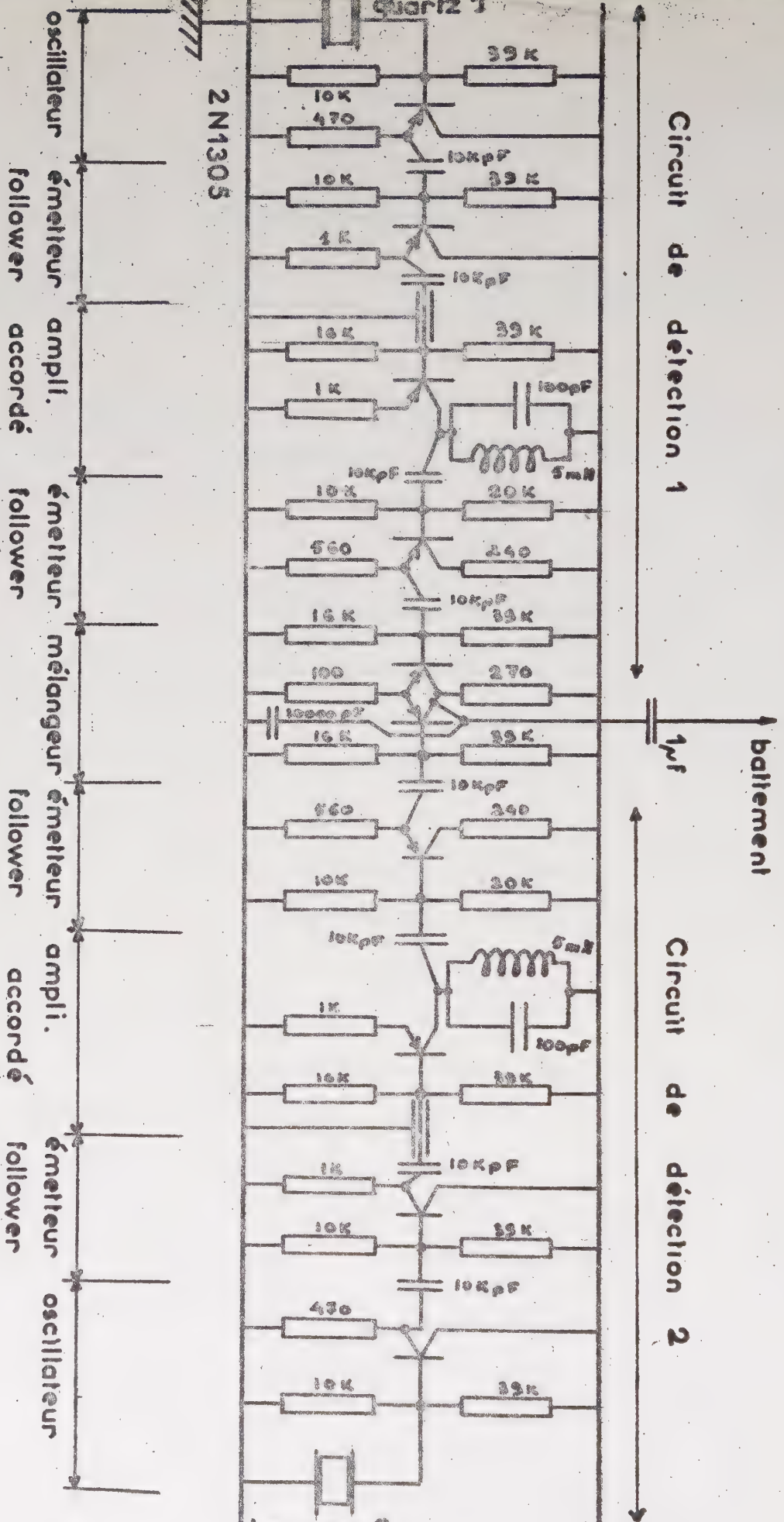


Fig 6 Les circuits de détection

cloche de vaporisation. Le fonctionnement d'un transistor sous vide est légèrement perturbé par un échauffement supplémentaire, dû à l'absence de convection. Mais dès que le vide est établi, le transistor atteint rapidement sa température d'équilibre et nous obtenons un oscillateur dont la stabilité est égale à celle du quartz.

Nous faisons suivre les deux oscillateurs d'un émetteur suiveur pour ne pas perturber leur fonctionnement.

II - LE MELANGEUR

Il joue le rôle d'un détecteur d'écart ici, d'écart de fréquence.

Nous faisons précéder le mélangeur d'un étage amplificateur à circuit accordé. Le mélangeur est un circuit symétrique à deux transistors. Nous séparerons à l'aide d'un circuit RC, la fréquence de battement des fréquences porteuses.

Le mélangeur est suivi de 2 étages amplificateurs alternatifs.

III - LE DISCRIMINATEUR DE FREQUENCE.

Il transforme la fréquence différence en une tension proportionnelle ; ceci nous permet une commande plus aisée du chauffage. Nous devons réaliser un discriminateur, travaillant à basse fréquence et ayant une bande très large 5000Hz.

Les discriminateurs classiques tels que celui de Foster SEELY ne permettent pas d'obtenir ces caractéristiques ; Nous avons réalisé un discriminateur de fréquence à impulsions.

Un monostable est déclenché par des impulsions de fréquence égale à la fréquence à mesurer.



Synoptique du discriminateur

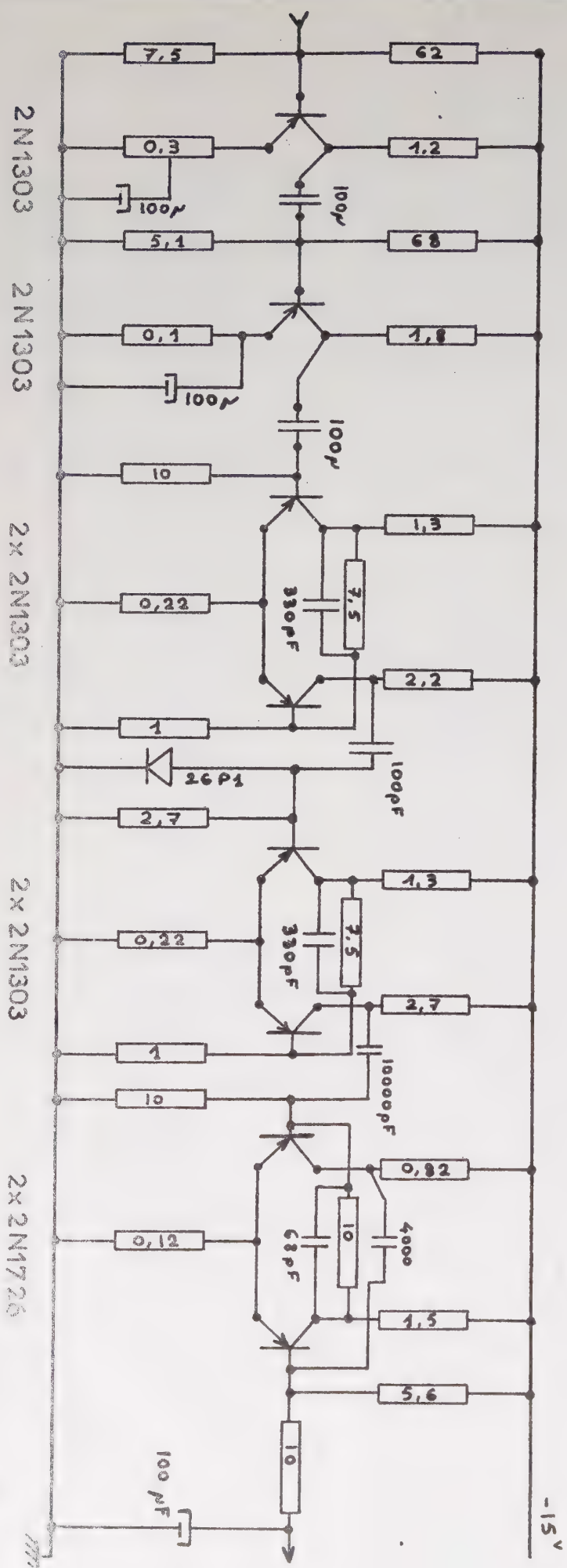
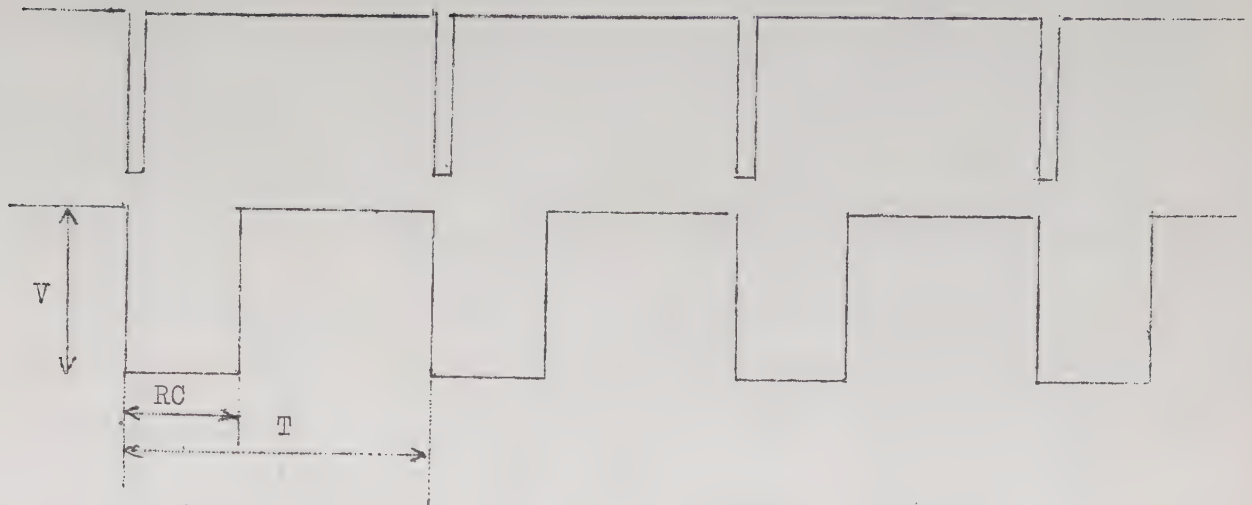


Fig. 7 Discriminateur fréquence tension



En intégrant le signal fournit par le monostable on obtient :

$$V_{\text{moy}} = \frac{1}{T} \int_0^T v dt = f \int_0^{RC} v dt = V R C F$$

Cette dernière relation montre que V_{moy} est proportionnel à F (V étant constant).

Nous avons réalisé un tel discriminateur qui comporte un trigger, un circuit dérivateur, un étage amplificateur d'impulsions, un monostable et un circuit intégrateur.

a) Le trigger transforme le signal sinusoïdal en un signal rectangulaire de même fréquence.

b) Nous dérivons le signal à l'aide d'un circuit RC, formé d'une capacité de 100 pf et de la résistance d'entrée de l'étage suivant. Nous éliminons les impulsions positives à l'aide d'une diode.

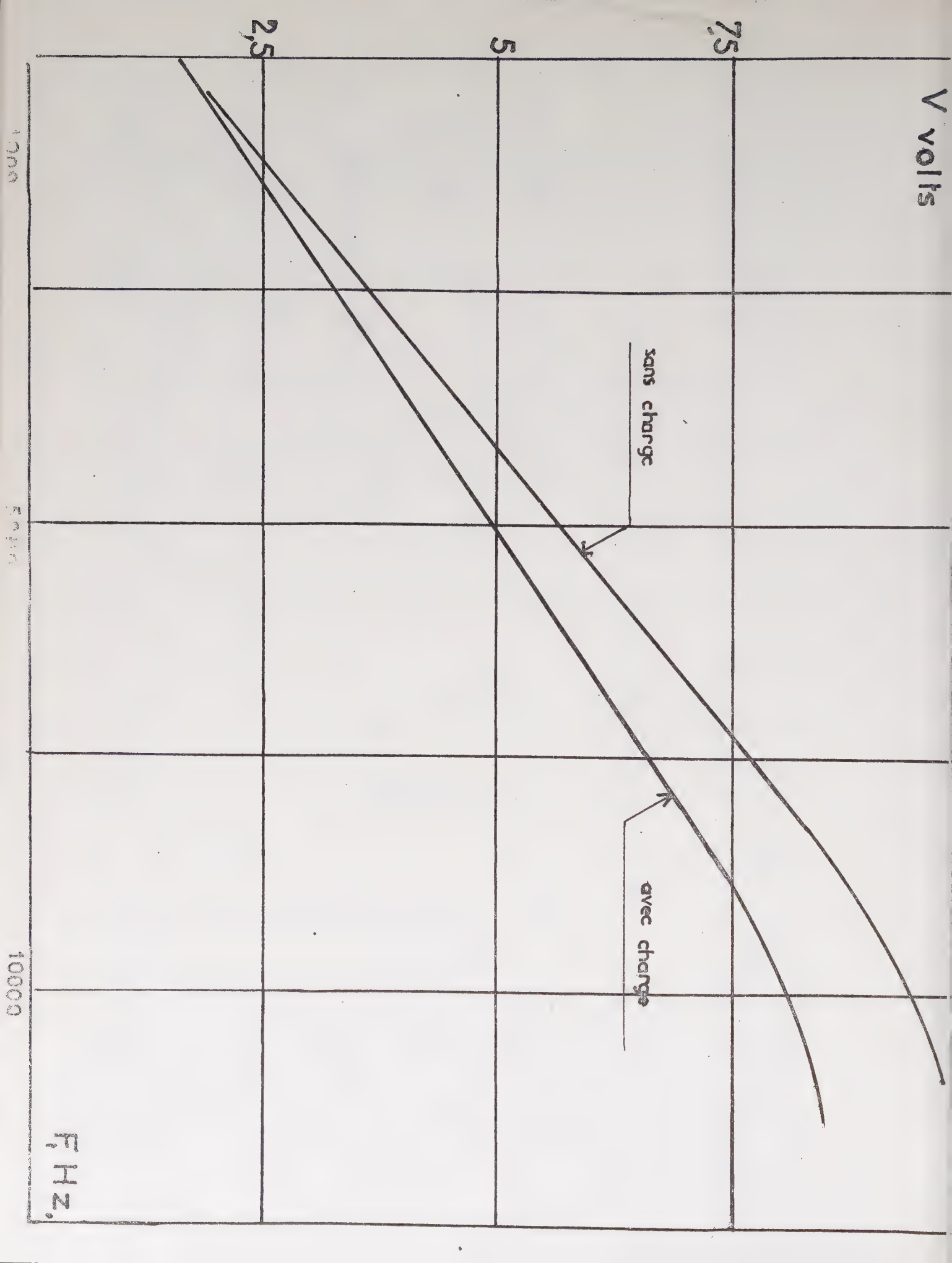
c) Les impulsions ainsi formées n'ont pas une amplitude suffisante pour déclencher le monostable. Nous amplifions les impulsions à l'aide d'un trigger. Nous obtenons ainsi des impulsions dont l'amplitude est suffisante pour déclencher le monostable et qui ont des temps de montée négligeables devant la période du signal à discriminer.

V volts

sans charge

avec charge

F, Hz.



d) Le monostable fournit des impulsions d'amplitude constante (V alimentation stabilisée) et de constante RC . Nous fixons cette dernière à $\frac{T}{2}$, $\frac{1}{T}$ étant la fréquence centrale à discriminer.

e) Le choix du circuit intégrateur est conditionné par l'ondulation admissible et par la constante de temps introduite. Nous choisissons les valeurs $R = 10\text{ K}\Omega$ $C = 100\mu\text{F}$ ce qui entraîne une ondulation résiduelle de 2 mV d'amplitude et une constante de temps de 1 s. Nous verrons que cette dernière n'est pas gênante pour le fonctionnement du servomécanisme.

Nous obtenons, ainsi un discriminateur de fréquence, linéaire entre 300 Hz et 800 Hz. Nous avons tracé les courbes dans le cas du discriminateur sans charge puis en charge sur l'étage suivant de la chaîne de servomécanisme. Nous observons une variation de la pente de la courbe qui n'est pas gênante.

IV - LE SIGNAL D'ERREUR

Au début de la manipulation les deux quartz ont des fréquences nominales F_1 et F_2 dont le battement est $f = F_1 - F_2$. A la fréquence f correspond après discrimination, une tension V . Nous opposons à cette tension, une tension égale et de signe contraire : la tension résultante $\mathcal{E}$ est nulle. Si maintenant on dépose sur les quartz une différence de masse ΔM , il en résulte une tension,

$\mathcal{E} = k\Delta F = K\Delta M$. Nous avons ainsi élaboré le signal d'erreur du servomécanisme. Nous avons réalisé un système potentiométrique qui permet de rattraper le zéro entre deux manipulations dans le cas où la fréquence de battement aurait changé.

CHAPITRE III

CHOIX DU MODE DE CHAUFFAGE

Les phénomènes thermiques introduisent les constantes de temps essentielles dans la chaîne de servomécanisme. Les constantes de temps de l'électronique ainsi que les temps de transit des particules vaporisées sont négligeables devant l'inertie thermique. A cet effet, nous comparerons dans ce chapitre les chauffages :

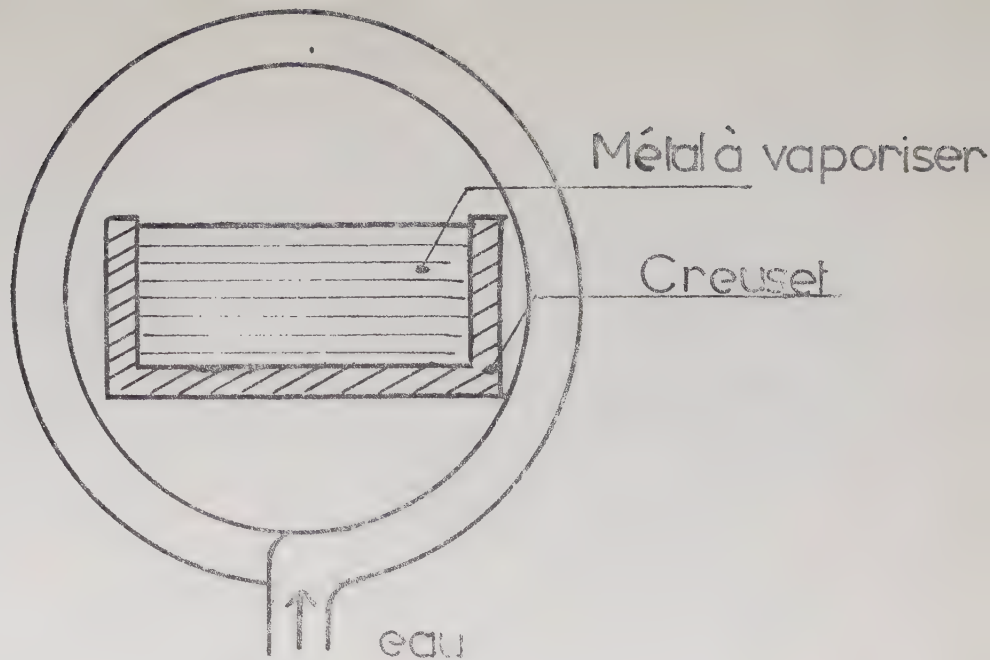
- par haute fréquence ou par induction
- par effet Joule.

I - CHAUFFAGE PAR HAUTE FREQUENCE

Le métal à vaporiser est soumis à un champ magnétique HF. Le courant induit dans le métal porte celui-ci à la température de vaporisation.

Pour faire nos essais nous avons utilisé un générateur type S.E.F. - G I de puissance 750 watts. Le métal à vaporiser est contenu dans un crouset isolant qui se trouve dans le solénoïde générateur du champ haute fréquence. La puissance fournie par ce générateur étant insuffisante pour vaporiser des métaux à point de fusion élevé, nous avons fait nos essais sur le bismuth et l'antimoine. L'emploi de la haute fréquence présente l'avantage que le chauffage se fait à la surface du métal. En effet, on montre que la puissance dissipée par unité de volume se répartit dans le métal suivant la courbe, figure 9. (Bb. N° 5).

Vue de face



Vue de dessus

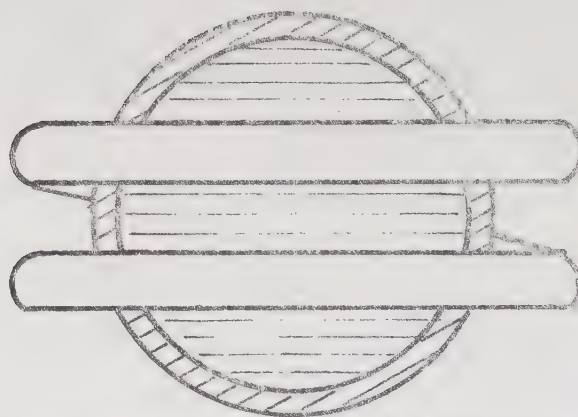
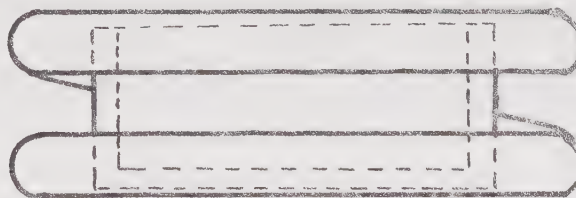


figure 9a

Vue de face



Vue de dessus

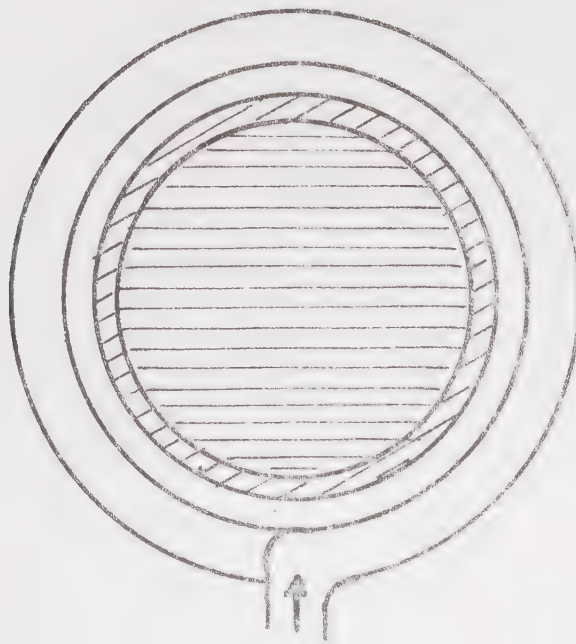


figure 9b

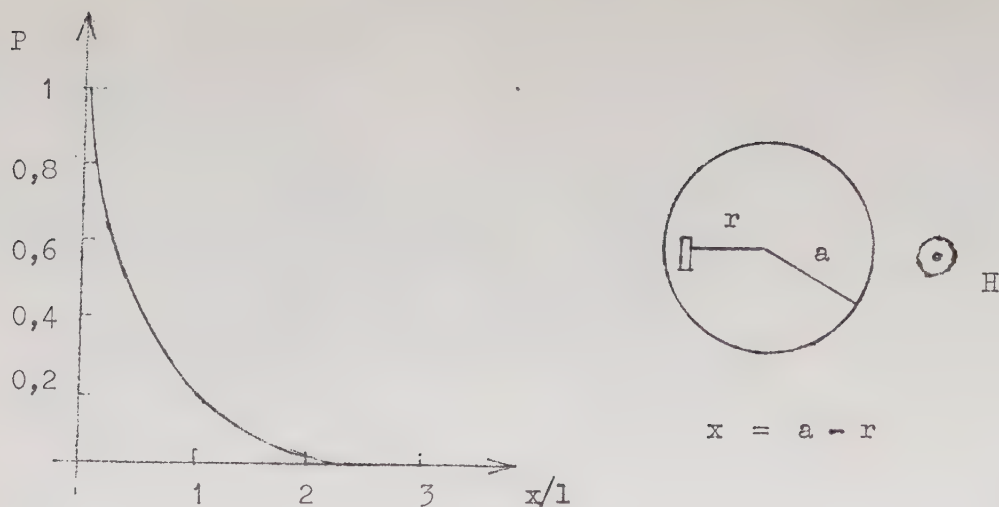


figure 9

x étant la distance à la surface

l l'épaisseur de peau.

Dans ces conditions on doit s'attendre à une réponse très rapide à condition toutefois d'utiliser la géométrie de la figure 9 a, en effet, la surface qui émet est touchée par le champ H.F. Si par contre on avait utilisé le montage de la figure 9b, on aurait une réponse plus lente, car la surface où a lieu l'évaporation n'est plus touchée par le champ H F, et doit attendre la conduction de la chaleur.

Dans le cas 9a, les spires conductrices sont légèrement séparées pour permettre le passage du jet de vaporisation. D'après la courbe ci-dessus, la densité de puissance est maximum à la surface libre du métal.

II - CHAUFFAGE PAR EFFET JOULE

Comme dans l'étude précédente, nous nous sommes surtout préoccupés des constantes de temps. L'idéal pour réduire ces dernières serait de faire passer directement le courant dans le métal à vaporiser. Malheureusement, la fusion du métal rompt les contacts électriques et un support est nécessaire.

Nous réalisons une gouttière en feuille de Molybdène (0,1 mm d'épaisseur) reliée à deux supports en acier. Ces derniers servent, d'une part à amener le

courant, et d'autre part à diminuer la constante de temps lors d'une baisse de température. En effet, les deux supports sont fixés sur le châssis de l'installation et se trouvent à une température bien inférieure à celle de la gouttière. Ce fort gradient amène une baisse rapide de la température lors d'une diminution ou un arrêt du chauffage.

III - ETUDE DE LA REPOSE A UN ECHELON UNITE

a) Descente en température (Fig. 11)

Nous réalisons successivement sur ces deux types de chauffage, la manipulation suivante.

Nous fixons la vitesse de vaporisation à une valeur v_1 . A un instant t_0 nous diminuons brusquement le chauffage de la substance 1 jusqu'à une valeur déterminée à l'avance qui amène la vitesse de vaporisation de la même substance à une valeur v_2 . Nous enregistrons les variations de fréquence du quartz détecteur à l'aide d'un fréquencesmètre enregistreur. Nous observons pour les deux types de chauffage les courbes représentées côte à côte.

b) Montée en Température (Fig. 12)

Nous réalisons la manipulation inverse. A un instant t_0 nous faisons passer la vitesse de vaporisation de la valeur v_2 à la valeur v_1 .

c) Interprétation des courbes

Dans le cas du chauffage HF, nous observons une grande dissymétrie entre les temps de montée et les temps de descente en température. Le graphique montre que ces temps sont respectivement 5s et 12s.

Ce retard à la descente en température provient

- de la capacité calorifique du creuset
- de la grande résistance thermique entre le creuset et les éléments annexes.

chauffage Joule

$t_0 + T$

t_0

$t_0 + T$

t_0

fig. 11

chauffage HF

$t_0 + T$

t_0

$t_0 + T$

t_0

800 Hz

fig 12

(absence de convection, de conduction très faible vu le montage).

- Il n'est guère possible de diminuer la capacité calorifique du creuset car tous les matériaux isolants qui supportent des températures élevées ont des capacités calorifiques voisines de 0,2 c/g/o (0,03 °C/g/o pour les métaux).

- Nous avons la possibilité de réduire la résistance thermique entre le creuset et une source froide en interposant un barreau de forte conductivité thermique. Malheureusement, une diminution de l'isolement thermique nécessite un générateur HF de plus forte puissance. Nous reviendrons sur ce paragraphe lors de l'étude du régime transitoire du servomécanisme.

CONCLUSION

En considérant la dernière remarque, le chauffage par un générateur HF de forte puissance fournirait des performances meilleures que le chauffage par effet Joule. Comme nous disposons au laboratoire que d'un générateur HF de faible puissance 750 watts, nous avons été conduit à faire un compromis entre le temps de réponse et le prix de revient de l'installation. Nous avons opté pour la solution simple et économique du chauffage par effet Joule. De plus, cette méthode permet de vaporiser des substances de faible conductivité électrique (absence de courant induit dans le cas du chauffage par HF).

Nous allons contrôler l'intensité de chauffage à l'aide de thyrodes dont nous décrivons le montage au chapitre 5.

Dans ce cas les constantes de temps introduites dans la chaîne de servomécanisme se déduisent des mesures précédentes par les relations approchées

$$\tau = \frac{T}{2,2} \quad \text{soit} \quad \tau_m = \frac{7,5}{2,2} = 3,4 \text{ s}$$

$$\tau_d = \frac{5}{2,2} = 2,3 \text{ s}$$

CHAPITRE IV

LES CIRCUITS DE PUISSANCE

Dans ce chapitre nous allons étudier l'asservissement du courant de chauffage - Nous avons opté pour la régulation par thyrodes qui permet le contrôle des fortes intensités. Les circuits de puissance comprennent un amplificateur d'erreur, un circuit générateur d'impulsions de déclenchement des thyrodes, enfin les thyrodes et leur alimentation.

I - AMPLIFICATEUR D'ERREUR (Fig. 13)

La liaison entre le signal d'erreur et le circuit générateur d'impulsions, nécessitait un amplificateur de tension continue d'un gain de tension de 3000. Nous avons réalisé un amplificateur à deux étages de grands gains. Le premier transistor débite sur une résistance de 220 K voisine de l'impédance de sortie du transistor (h_{22}). Le gain de cet étage sera donc variable avec la température (dérive), mais comme cet amplificateur est inséré dans une boucle fermée de servomécanisme, la dérive intervient peu.

Une capacité de $4\mu F$ à la sortie de l'amplificateur diminue l'ondulation résiduelle. Nous faisons suivre l'amplificateur, d'un émetteur suiveur pour diminuer l'impédance de sortie.

II - GENERATEUR D'IMPULSIONS DE DECLENCHEMENT DES THYRODES (Fig. 14)

Nous avons réalisé ce générateur à base d'un transistor unijonction qui fournit des impulsions sous basse impédance et d'un niveau suffisant pour déclencher les thyrodes.

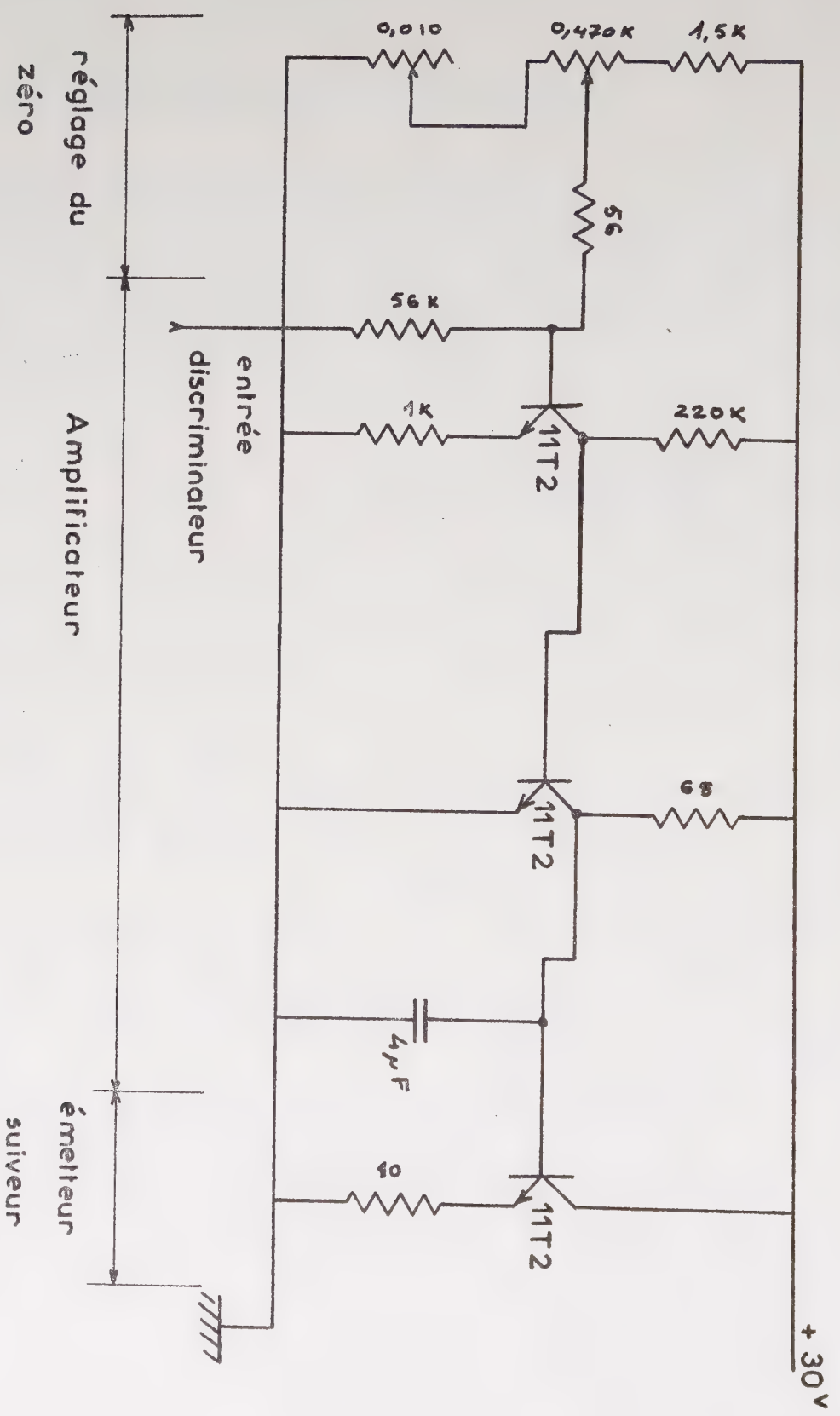


Fig. 13 Amplificateur d'erreur

L'unijonction présente une très faible impédance entre la base I et l'émetteur, lorsque ce dernier atteint le potentiel déterminé par

$$V_E = V + \eta V_{B_1 B_2}$$

V tension caractéristique de la diode équivalente à la jonction émetteur-base.

η rapport dépendant de la polarisation et de la température.

La tension V_E est celle aux bornes d'une capacité C qui se charge à travers une résistance R à partir de la tension d'erreur issue de l'amplificateur. La valeur de la tension d'erreur fixe la phase de l'impulsion résultante sur la base I.

La synchronisation entre les impulsions et le signal alternatif à commander est assurée par l'alimentation du transistor unijonction. Un signal alternatif en phase avec celui à commander redressé et écrêté au moyen d'une diode Zeener, alimente l'unijonction.

Nous obtenons des impulsions de 3 volts d'amplitude.

III - L'ALIMENTATION

Ce chauffage nécessite de fortes intensités et un transformateur abaisseur de tension est nécessaire. Nous avons fait construire un tel transformateur 220/10 volts de puissance nominale 3 K V A. La puissance de chauffe nécessaire à la vaporisation dépend de la nature du métal à vaporiser. Nous alimentons le transformateur abaisseur au moyen d'un autotransformateur qui permet de régler cette puissance.

Le contrôle des intensités débitées peut se faire soit au primaire, soit au secondaire du transformateur abaisseur.

a) Commande au primaire

Cette commande présente l'avantage de nécessiter des redresseurs de faible intensité. Mais lors de la mise sous tension d'un transformateur il apparaît des surintensités au primaire qui peuvent atteindre 5 fois la valeur en régime permanent. D'autre part si l'angle d'ouverture varie énormément d'une alternance à l'autre il apparaît une composante continue au primaire qui amène le circuit magnétique dans un état saturé et une surintensité traverse le primaire.

Ces deux surintensités possibles risquent de détériorer le redresseur contrôlé.

b) Commande au Secondaire

La commande au secondaire nécessite des redresseurs de fortes intensités nominales.

Il apparaît des surtensions au secondaire lors de la coupure du primaire. On peut éviter ces surtensions en plaçant une capacité sur le primaire qui absorbe l'énergie emmagasinée dans les selfs de fuite.

Nous avons retenu cette commande pour sa sûreté d'emploi.

IV - LA COMMANDE PAR THYRODE

Les thyrodes permettent de contrôler facilement de fortes puissances avec un montage électrique relativement simple et peu coûteux.

a) Montage électrique des thyrodes

Nous avons le choix entre plusieurs montages, nous avons réalisé celui de la figure 15 qui ne nécessite que deux redresseurs et une seule thyrode.

220V ~

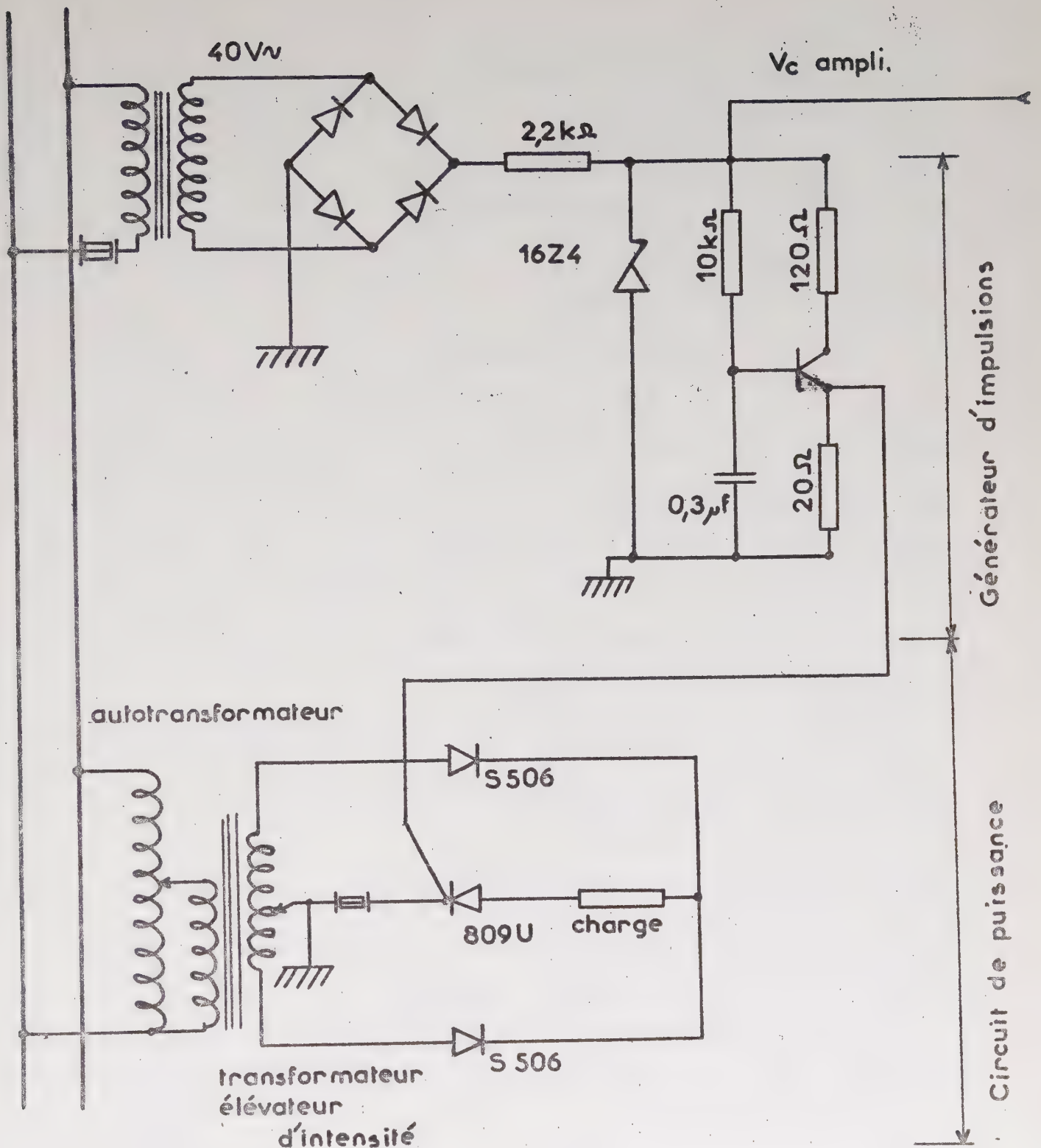


Fig. 14 et 15

Nous utilisons les redresseurs suivants :

- Redresseurs : Type S 506

tension inverse 50 V

intensité nominale 60 A

- Redresseur contrôlé :

Type 809 U

tension inverse 25 V

intensité nominale 110 A moyen.

Les redresseurs sont montés sur des radiateurs ventilés. Dans ce cas la thyrode peut dissiper 100 watts. Les caractéristiques donnant la puissance dissipée en fonction du courant moyen pour différents angles d'ouverture montrent que pour un angle d'ouverture de 90°, l'intensité moyenne admissible est de 70 Ampères. Cette dernière définit la puissance maximum que nous pouvons contrôler.

b) Courbe de réponse de la thyrode.

Cette courbe est primordiale pour l'étude en servomécanisme de l'appareil.

Soit : $V_0 \sin \omega t$ la tension d'alimentation

φ l'angle d'ouverture

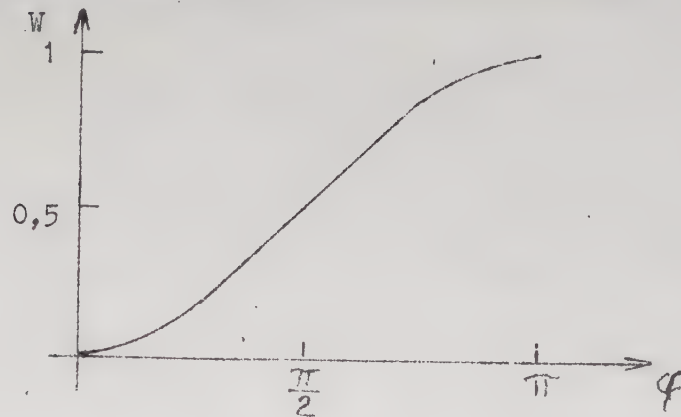
R valeur de la résistance chauffante.

L'énergie dissipée dans la résistance pendant une alternance est

$$W = \int_0^{\frac{\pi}{\omega}} \frac{V_0^2}{R} \sin^2 \omega t \, dt$$

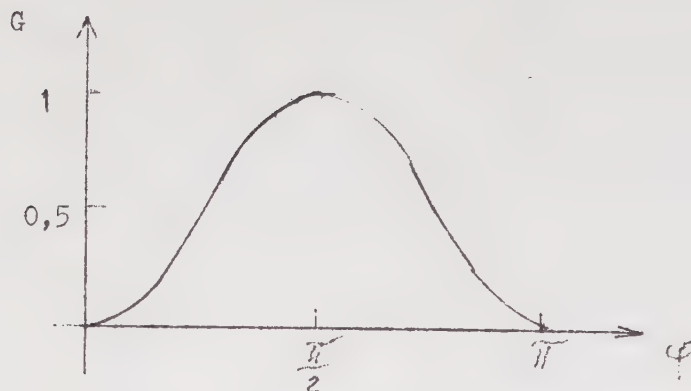
$$W = \frac{V_0^2}{2 R \omega} \left(\varphi - \frac{1}{2} \sin 2 \varphi \right)$$

La courbe donne l'énergie W en fonction de l'angle d'ouverture



Le gain de la thyrode est

$$G = \frac{dW}{d\varphi} = \frac{V_0^2}{2R\omega} (1 - \cos 2\varphi) = \frac{V_0^2}{R} \sin^2 \varphi$$



L'étude de ces deux courbes nous montre qu'au voisinage de $\frac{\pi}{2}$ la courbe de réponse est linéaire et que le gain est maximum.

Pour ces deux raisons nous faisons travailler la thyrode avec un angle d'ouverture voisin de $\frac{\pi}{2}$. Le réglage, de l'angle d'ouverture moyen, se fait en agissant sur les potentiomètres de réglage du zéro à l'entrée de l'amplificateur continu.

V - STABILITE DU SYSTEME ASSERVI

La stabilité du servomécanisme est fonction des constantes de temps des différents éléments :

Eléments	Constantes de temps en seconde
Amplificateur continu	$0,01 < t < 0,02 \text{ s}$
Unijonction thyrode	$t = 0,01$
Chauffage et Vaporisation	$2 < t < 3$
Temps de transit quartz	négligeable
Discriminateur	$0,5 < t < 1 \text{ s}$

Ce tableau nous montre que le chauffage amène la constante de temps essentiel du servomécanisme. On montre (Bibliographie N° 11) qu'un système thermique peut être assimilé à un système électrique en faisant les analogies suivantes

température $\rightarrow$ potentiel

flux de chaleur $\rightarrow$ intensité

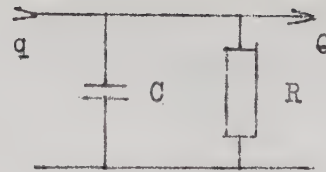
résistivité thermique $\rightarrow$ résistivité électrique

capacité calorifique $\rightarrow$ capacité "

En ne tenant compte que de la capacité calorifique du creuset et de la résistivité du creuset et des supports, le système thermique peut être représenté par le schéma suivant :

La fonction de transfert s'écrit :

$$\frac{\theta}{q} = \frac{R}{1 + j\omega RC}$$



Pour diminuer la constante de temps, il faut réduire R et C. Malheureusement, en régime permanent $\frac{\theta}{q} = R$ et en diminuant R nous réduisons en même temps le rendement du chauffage, et une source de chauffage plus puissante est nécessaire.

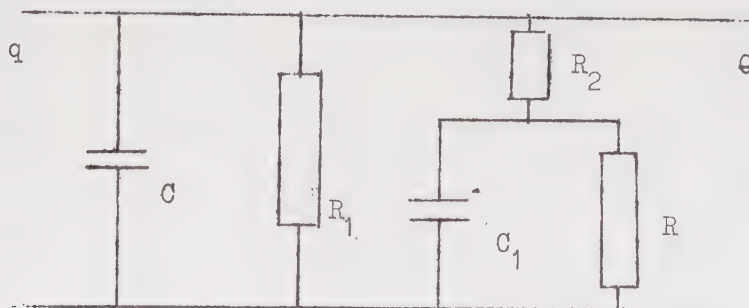
En réalité, la fonction de transfert est beaucoup plus complexe et il faut tenir compte en plus :

des résistivités thermiques entre le creuset et les supports R_2

équivalentes du rayonnement du creuset R_1

de la capacité calorifique des supports C_1 .

Dans ce cas le système thermique peut être représenté par le schéma équivalent suivant -



Cet élément est non linéaire car R_1 , R_2 et R sont fonction de θ . De plus cet élément introduit un déphasage de π pour la fréquence critique et un régime d'auto-oscillation peut s'établir dans le servomécanisme. Nous assurons un régime stable en fixant le gain de la chaîne à une valeur correcte.

VI - REGLAGE DU SERVOMECANISME : REGLAGE DU GAIN

Le gain de la chaîne fixe :

- le temps de réponse et l'écart de position du servomécanisme
- la stabilité du système.

Il existe donc une valeur critique du gain de la chaîne que nous allons déterminer expérimentalement en augmentant le gain jusqu'à une apparition des auto-oscillations. Cette valeur critique est fonction des vitesses de vaporisation : De faibles vitesses de vaporisation permettent de fortes valeurs du gain avant apparition du régime oscillatoire (pompage).

Dans le cas d'une vitesse d'évaporation moyenne de $0,04 \mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{s}$, le gain critique de l'amplificateur continu est d'environ 3000. Dans ce cas la fréquence d'auto-oscillation est de 0,1 Hz. D'après la relation $\omega_c \tau = \pi$ la constante de temps du servomécanisme est de 5s.

C'est un accord avec les valeurs trouvées au chapitre III et V.

CHAPITRE V

RESULTS - APPLICATIONS

I - RELATION ENTRE LA VARIATION DE FREQUENCE ET LA MASSE DEPOSEE

De part la relation du quartz nous avons :

$$\frac{dF}{F_0} = \frac{S}{M_0} \rho_e = \frac{S}{M_0} m$$

Les caractéristiques propres du quartz utilisé sont

$$M_0 = 0,15 \text{ g} : \text{masse du quartz}$$

$$S = 1,8 \text{ cm}^2 : \text{surface du quartz}$$

$$F_0 = 510^6 \text{ Hz} : \text{fréquence nominale}$$

m masse déposée par unité de surface

A une variation de fréquence 1 Hz correspond un dépôt de masse.

$$m = 1 \frac{0,15}{510^6 \cdot 1,8} = 0,017 \mu\text{g/cm}^2/\text{Hz}$$

Ce résultat est valable quelque soit le métal vaporisé et est en accord avec la Bibliographie N°6. Dans le cas du nickel de masse spécifique 8,9 une variation de fréquence de 1 Hz correspond à une épaisseur vaporisée

$$e = \frac{0,017 \cdot 10^{-6}}{8,9} = 0,2 \cdot 10^{-8} \text{ cm} = 0,2 \text{ Å}$$

Dans le cas de l'aluminium $\rho = 2,5$ et à une variation de fréquence de 1 Hz correspond une épaisseur vaporisée $e = 0,7 \text{ Å}$

II - PERFORMANCES THEORIQUES DE L'APPAREIL

De part la conception de l'appareil la différence de fréquence des deux quartz reste constante.

$$F_1 - F_2 = \text{cte}$$

Soit $d F_1 = d F_2$

Or $d F_1 = F_1 \frac{S_1}{M_{o1}} m_1$

$$d F_2 = F_2 \frac{S_2}{M_{o2}} m_2$$

Comme nous avons deux quartz sensiblement identiques $F_1 = F_2$, $S_1 = S_2$,

$M_{o1} = M_{o2}$, les masses déposées par unité de surface sur les deux quartz sont égales : $m_1 = m_2$

III - RESULTATS PRATIQUES

En réalité nous constatons que $f = F_1 - F_2$ ne reste pas rigoureusement constante au cours de la manipulation.

Nous observons un écart qui est dû à 2 raisons :

- stabilité imparfaite du système détecteur
- écart de position inhérent à tout servomécanisme.

Deux études effectuées sur stabilité du système détecteur montrent qu'il faut tenir compte d'une dérive de 5 Hz maximum.

L'écart de position inhérent au servomécanisme est fonction de la vitesse de vaporisation. Dans le cas d'une vitesse de dépôt de $0,04 \mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{s}$. Nous constatons un écart maximum de 15 Hz.

Remarque 1 :

Nous avons vu au chapitre III que la constante de temps du chauffage est de l'ordre 3 s. Il en résulte une différence de masse entre les 2 quartz égale à $0,04 \times 3 = 0,12 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ soit un écart de fréquence égal à $\frac{0,12}{0,017} = 7 \text{ Hz}$.

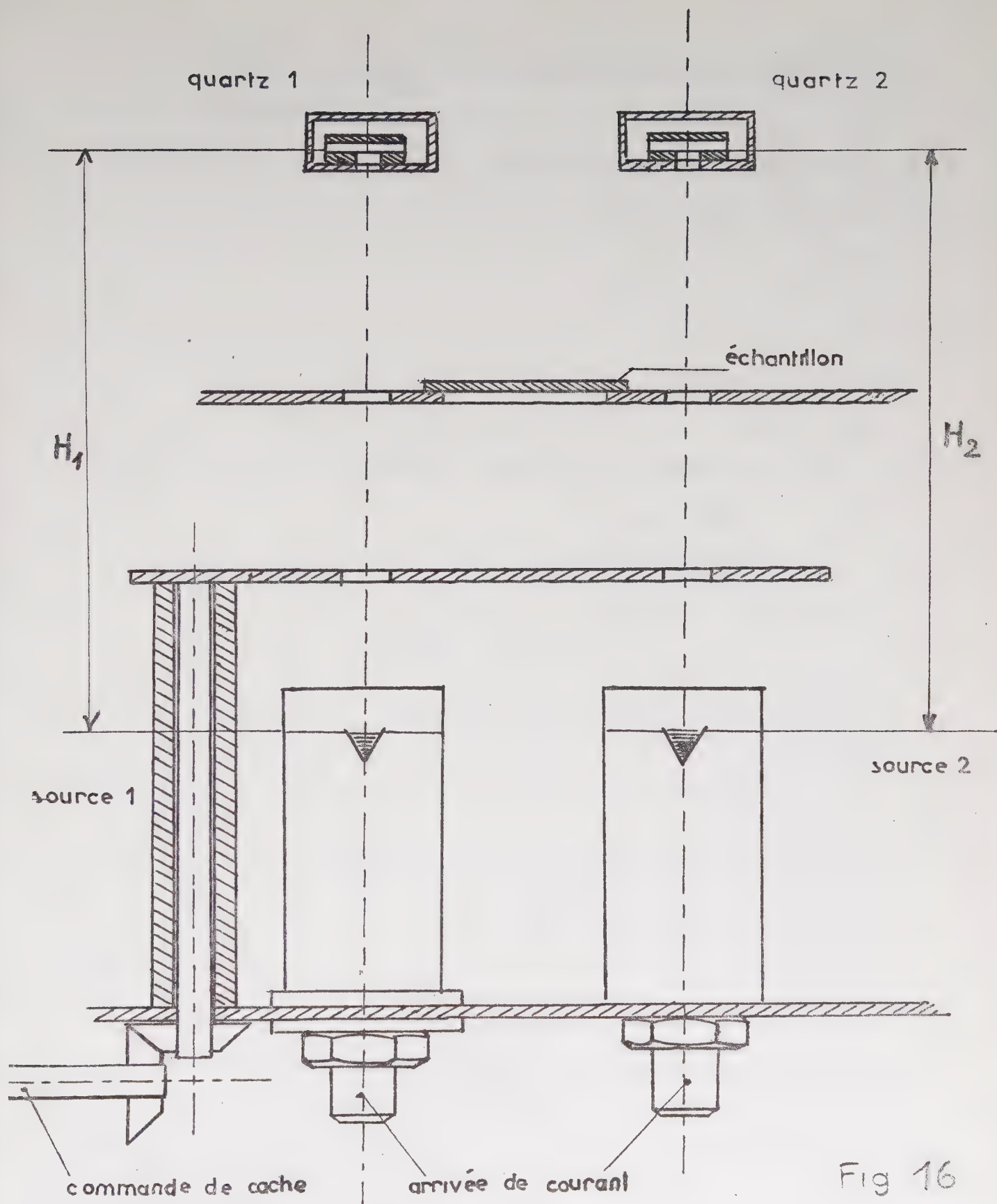


Fig 16

Or en pratique nous observons un écart de fréquence égal à $15 - 5 = 10$ Hz. Cette différence entre le résultat théorique et le résultat pratique provient en grande partie des approximations que nous avons faites pour déterminer la constante de temps.

Remarque 2

Il résulte de cette étude que l'écart en position est directement proportionnel à la vitesse de vaporisation et pour réduire cet écart, il y a intérêt à travailler avec des vitesses de vaporisation faibles.

IV - APPLICATION A LA REALISATION D'UN ECHANTILLON DE DEUX METAUX DANS UN RAPPORT EGAL A 1

Nous réalisons le montage de la figure 16. Nous plaçons les deux quartz respectivement à l'aplomb des deux sources de vaporisation et tel que $H_1 = H_2$ (H étant la distance entre la source et le quartz fig. 16).

L'échantillon se trouve entre les deux quartz et la longueur de l'échantillon est petite devant la distance de ce dernier aux sources de vaporisation, pour avoir un dépôt uniforme. L'échantillon est protégé par un cache durant le régime transitoire du servomécanisme. Nous obtenons ainsi un alliage de deux métaux de masses égales et d'après ce que nous venons de voir au paragraphe 3, nous aurons un écart maximum de $0,25 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ entre les deux masses.

En général on travaille sur des échnatillons dont l'épaisseur est comprise entre 1000 et 10 000 Å°. L'erreur maximum de l'appareil sera dans le cas du nickel par exemple égale à
$$\frac{0,25 \cdot 10^{-6}}{1000 \times 8,9 \cdot 10^{-8}} = 3 \cdot 10^{-3} = 0,3 \%$$

V - APPLICATION A LA REALISATION D'UN ECHANTILLON DE DEUX METAUX DANS UN
RAPPORT DIFFERENT DE 1

Nous réalisons le même montage que précédemment mais avec $H_1 \neq H_2$. La masse déposée par unité de surface sur les quartz suit la loi de l'éclairement et l'on a :

$$\frac{m}{m} = \left(\frac{H'}{H} \right)^2$$

Nous plaçons l'échantillon et le quartz I à la hauteur H_1 tandis que le quartz II nous le plaçons à la hauteur H_2 .

Si m_1 et m_2 sont les masses déposées par unité de surface sur les quartz, de part le servomécanisme nous avons $m_1 = m_2$

L'échantillon comportera la masse $m_1 \text{ g/cm}^2$ du métal I et la masse

$$m'_2 \text{ g/cm}^2 = m_2 \left(\frac{H_2}{H_1} \right)^2$$

Nous aurons donc un alliage de deux métaux dont le rapport des masses est

$$\frac{m_1}{m'_2} = \left(\frac{H_1}{H_2} \right)^2$$

De part la construction de la cloche d'évaporation nous pouvons faire varier

le rapport $\frac{H_1}{H_2}$ de 1 à 5 ce qui entraîne :

$$1 < \frac{m_1}{m'_2} < 25$$

En parlant en pourcentage la valeur extrême correspond à 4 % du métal II et 96 % du métal I.

Nous remarquerons que nous aurons au maximum la même erreur que celle calculée au paragraphe 4 soit environ 0,3 %.

VI - DETERMINATION DE L'ÉPAISSEUR DE LA COUCHE VAPORISÉE.

Nous déterminons l'épaisseur de l'un des métaux à partir de la variation de fréquence de quartz correspondant. Pour ceci nous disposons d'un oscillateur pilote à quartz (identique au quartz détecteur) qui sert de référence. Nous réalisons le battement à l'aide d'un mélangeur analogue à celui décrit au chapitre II. Nous mesurerons la fréquence de battement à l'aide d'un fréquence-mètre digital et nous en déduisons l'épaisseur de la couche au moyen de la relation.

$$e = 1,7 \frac{df}{\rho} \quad \text{Å}^\circ$$

df variation de fréquence lue au fréquencesmètre

ρ masse spécifique du métal vaporisé.

L'épaisseur de la couche de l'autre de métal se déduit de celle du premier puisqu'on connaît le rapport des masses déposées par unité de surface.

Sa précision sur l'épaisseur des couches est fonction de celle sur la fréquence. Nous avons vu que la dérive est de 5 Hz par suite l'épaisseur est connue à $1,7 \frac{5}{\rho} \text{ Å}^\circ$ près.

Dans le cas du nickel nous déterminons l'épaisseur à environ 1 Å° près.

VII - ETUDE METALLURGIQUE DES COUCHES MINCES AINSI FORMEES.

La vaporisation de la plupart des substances se fait par projection d'amas de particules. Il en résulte que la couche mince sera formée d'une juxtaposition de particules de la substance I et de la substance II. Une étude au microscope électronique confirme cet état. Dans certains cas par vieillissement l'on obtient la diffusion des deux types de particules et la structure finale est celle d'un alliage. C'est le cas de l'antimoine et du bismuth. Dans l'autre cas le chauffage de l'échantillon est nécessaire pour accélérer la diffusion.

C O N C L U S I O N

En résumé de ce travail, nous avons construit un appareil qui permet la vaporisation simultanée de deux substances dans un rapport donné.

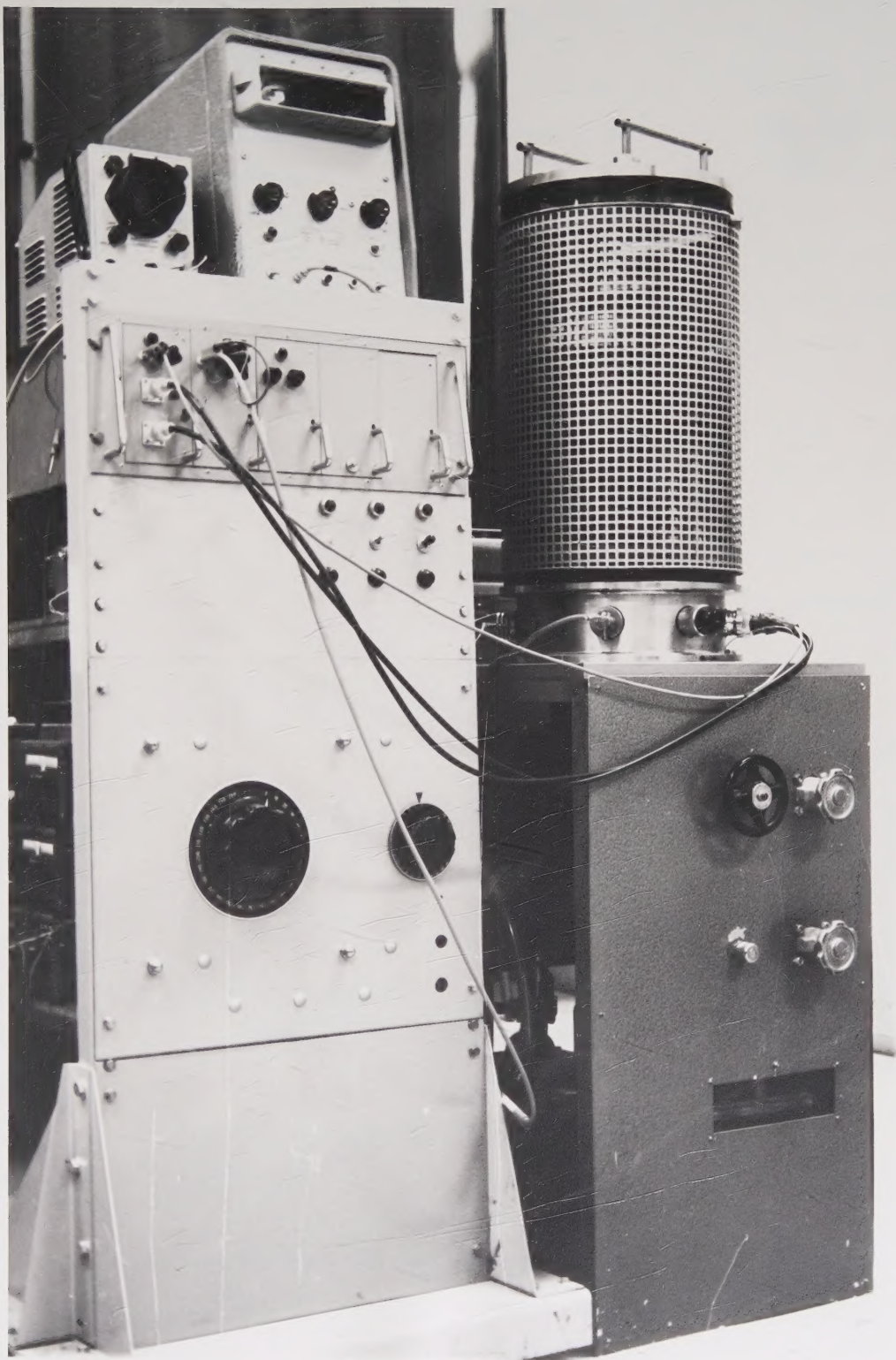
Pour ceci nous étions appelés à étudier les éléments suivants :

- Deux capteurs qui mesurent les deux vitesses de vaporisation
- Un détecteur d'écart qui fournit une grandeur électrique proportionnelle à l'écart des vitesses de vaporisation.
- Un discriminateur qui transforme la grandeur d'écart en une tension proportionnelle.
- Un amplificateur continu qui permettra un contrôle plus aisé du chauffage.
- Enfin, un moyen de chauffage adaptée et contrôlable.

Au cours de ces différentes études nous avons pour chaque cas, le choix entre plusieurs méthodes. Nous avons discuté les différentes possibilités et nous avons particulièrement approfondi deux méthodes de chauffage car c'est les de temps des sources de chauffage qui limitent essentiellement les performances de l'appareil.

Pour terminer nous avons analysé les résultats de l'appareil. Nous obtenons une couche mince homogène sur toute l'épaisseur et dont cette dernière est parfaitement connue.

Cette installation a été réalisée pour l'étude systématique des films minces à concentration variable.



B I B L I O G R A P H I E

- | | | | |
|-------|---|--|---|
| I/ | J.A TURNER
J.K BIRTWISTLE
G.R HOFFMAN | A method for continuous measurement
thickness | J SCI
Instruments
1963 Vol. 40 |
| II/ | H. SCHWARTZ | Method of measuring and controlling
evaporation rates during the produc-
tion of thin films. | Review of Scientifics
Instruments.
February 61. |
| III/ | P. LOSTIS | Etude réalisation et contrôle des lames
minces. | Revue d'optique
Janvier 59. |
| IV/ | | Colloque sur l'optique des couches minces | Journal de Physique
Janvier-Février 64 |
| V/ | BROWN
HOYLER
BIERWIRTH | Radio frequency heating | |
| VI/ | A. HF. MUGGLETON
F.A HOWE | Cristal oscillator film thickness monitor | Nuclear Instruments
and methods .28 -64 |
| VII/ | M. PELEGRIN
JC. GILLE
P. DECAULNE | Les organes des systèmes asservis. | Dunod. |
| VIII/ | M. PELEGRIN
JC. GILLE
P. DECAULNE | Méthode moderne d'étude des systèmes
asservis. | DUNOD. |
| IX/ | | couches minces en électronique | Onde électrique
décembre 1964 |
| X/ | LLOYD
PHUNTER | Handbook of semiconductors electronics | |

